



Search



List



First



Prev



Next



Last

MicroPatent's Patent Index Database: Record 1 of 1 [Individual Record of JP2002123034A]

[Order This Patent](#)[Family Member\(s\)](#)JP2002123034A ☐ 20020426 [FullText](#)**Title:** (ENG) ELECTROSTATIC CHARGE IMAGE DEVELOPING TONER**Abstract:** (ENG)

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an electrostatic charge image developing toner having good fixing and anti- offsetting properties in a wide temperature range and suitable for a heat roll fixing system and to provide an electrostatic charge image developing color toner excellent in color reproducibility and transparency, having stable electrostatic charge behavior even in continuous printing and giving a good image of high image quality.

SOLUTION: The electrostatic charge image developing toner contains a resin binder, a colorant, a releasing agent and an electrostatic charge controlling agent. The releasing agent is a wax based on a higher fatty acid ester compound and/or an aliphatic alcohol compound and the electrostatic charge controlling agent is a complex or salt of formula 1.

Application Number: JP 2000316494 A**Application (Filing) Date:** 20001017**Priority Data:** JP 2000316494 20001017 A X;**Inventor(s):** MATSUDA YUKITO ; MARIKO HIROYUKI ; OGURA KATSUYUKI ; NAKAMURA MASANOBU**Assignee/Applicant/Grantee:** DAINIPPON INK & CHEMICALS**Original IPC (1-7):** G03G00908; G03G009087; G03G009097; G03G00909; G03G009113; C07C06505; C07C06521**Other Abstracts for This Document:** CHEMABS136(22)348261V; DERABS C2002-578272

Search



List



First



Prev



Next



Last

Copyright © 2002, MicroPatent, LLC. The contents of this page are the property of MicroPatent LLC including without limitation all text, html, asp, javascript and xml. All rights herein are reserved to the owner and this page cannot be reproduced without the express permission of the owner.

Family 76. (E^)

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-123034

(P2002-123034A)

(43) 公開日 平成14年4月26日 (2002. 4. 26)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード*(参考)
G 0 3 G 9/08	3 6 5	G 0 3 G 9/08	3 6 5 2 H 0 0 5
9/087		C 0 7 C 65/05	4 H 0 0 6
9/097		65/21	D
9/09		G 0 3 G 9/08	3 2 5
9/113			3 3 1

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 16 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2000-316494(P2000-316494)

(22) 出願日 平成12年10月17日 (2000. 10. 17)

(71) 出願人 000002886

大日本インキ化学工業株式会社

東京都板橋区坂下3丁目35番58号

(72) 発明者 松田 幸人

埼玉県南埼玉郡白岡町小久喜327-4

(72) 発明者 鞠子 浩之

東京都葛飾区亀有5-9-6

(72) 発明者 小倉 克之

埼玉県大宮市大和田町1-1662-9

(74) 代理人 100088764

弁理士 高橋 勝利

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 静電荷像現像用トナー

(57) 【要約】

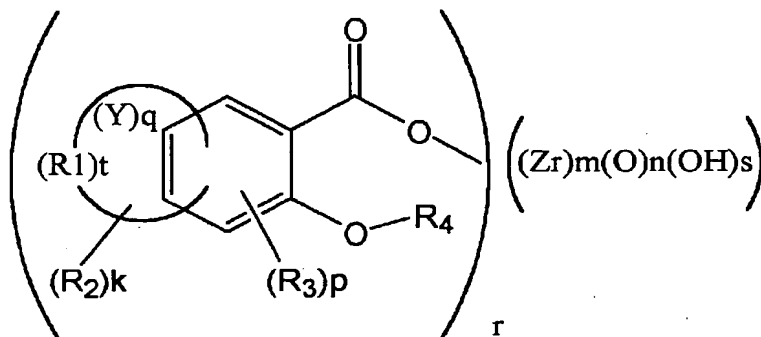
【課題】 幅広い温度領域で良好な定着・オフセット特性を示す、ヒートロール定着方式に適した静電荷像現像用トナーを提供する。また、色再現性、透明性に優れ、かつ、連続印刷した際も安定な帯電挙動を示し、良好な高画質画像が得られるカラー用の静電荷像現像用トナーを提供する。

【解決手段】 バインダー樹脂、着色剤、離型剤及び帯*

* 電制御剤を含有してなるトナーであって、前記離型剤が高級脂肪酸エステル化合物及び／または脂肪族アルコール化合物を主成分とするワックスであり、前記帯電制御剤が下記一般式1で表される錯体または塩である静電荷像現像用トナーを用いる。

<一般式1>

【化1】



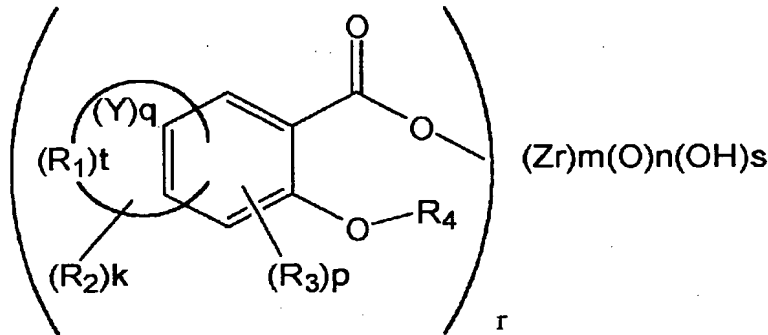
【特許請求の範囲】

【請求項1】 バインダー樹脂、着色剤、離型剤及び帯電制御剤を含有してなるトナーであって、前記離型剤が高級脂肪酸エステル化合物及び／または脂肪族アルコール化合物を主成分とするワックスであり、前記帯電制御*

* 剤が下記一般式1で表されるジルコニウムの錯体または塩であることを特徴とする静電荷像現像用トナー。

<一般式1>

【化1】



(式中、R₁は4級炭素、メチン、メチレンであり、N、S、O、Pのヘテロ原子を含んでいてもよく、Yは飽和結合又は不飽和結合で結ばれた環状構造を表し、R₂、R₃は相互に独立してアルキル基、アルケニル基、アルコキシ基、置換基を有しても良いアリール基又はアリールオキシ基又はアラルキル基又はアラルキルオキシ基、ハロゲン基、水素、水酸基、置換基を有しても良いアミノ基、カルボキシ基、カルボニル基、ニトロ基、ニトロソ基、スルホニル基、シアノ基を表し、R₄は水素又はアルキル基を表し、tは0ないし1から12の整数、mは1から20の整数、nは0ないし1から20の整数、kは0ないし1から4の整数、pは0ないし1から4の整数、qは0ないし1から3の整数、rは1から20の整数、sは0又は1ないし20の整数である。)

【請求項2】 前記バインダー樹脂がスチレン系単量体、アクリル酸及びアクリル酸エステル系単量体、メタクリル酸及びメタクリル酸エステル系単量体から選ばれる1種以上の単量体からなる単一重合体あるいは共重合体であることを特徴とする請求項1記載の静電荷像現像用トナー。

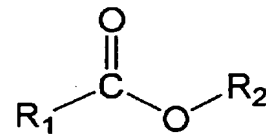
【請求項3】 前記バインダー樹脂がポリエステル樹脂であることを特徴とする請求項1記載の静電荷像現像用トナー。

【請求項4】 前記着色剤が有彩色の有機顔料であることを特徴とする請求項1、2または3記載の静電荷像現像用トナー。

【請求項5】 前記離型剤がカルナウバワックス、モンタン系エステルワックス、ライスワックス、カイガラムシワックス、ラノリンワックスまたは下記一般式2乃至6で表される化合物から選ばれるいずれか1種以上であることを特徴とする請求項1、2、3または4記載の静電荷像現像用トナー。

<一般式2>

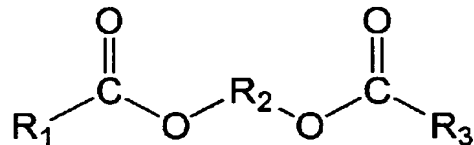
【化2】



(R₁及びR₂は炭素数1～40の炭化水素基であり、少なくともどちらか一方は炭素数が12以上の鎖状の炭化水素基を示す。)

<一般式3>

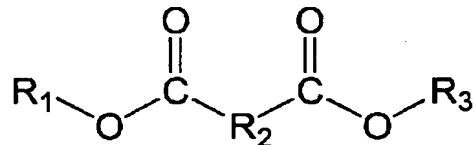
【化3】



(R₁、R₂及びR₃は炭素数1～40の炭化水素基であり、少なくともいずれか一つが炭素数12以上の鎖状の炭化水素基を示す。)

<一般式4>

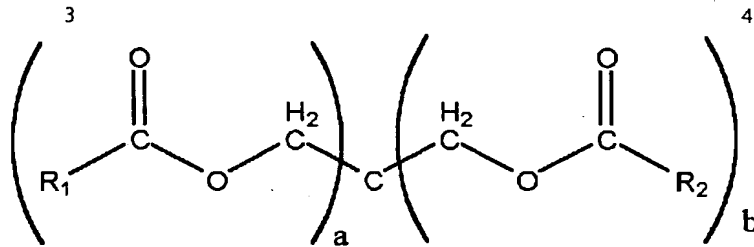
【化4】



(R₁、R₂及びR₃は炭素数1～40の炭化水素基であり、少なくともいずれか一つが炭素数12以上の鎖状の炭化水素基を示す。)

<一般式5>

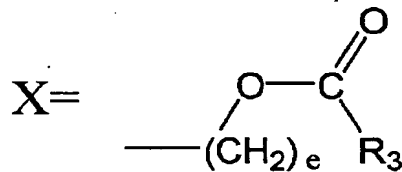
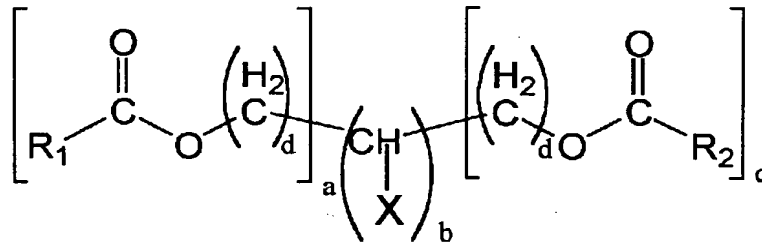
【化5】



(R₁は炭素数12～40の炭化水素基。R₂は炭素数1～40の炭化水素基。また、a+b=4であり、aは1～4の整数を表し、bは0～3の整数を表す。)

*＜一般式6＞
【化6】

*10



(R₁、R₂及びR₃は炭素数1～40の炭化水素基であり、少なくともいずれかが炭素数12以上の鎖状の炭化水素基。また、a及びcは0～2の整数であり、a+c=2である。bは1から4の整数であり、dは1または2である。さらに、e=d-1である。)

【請求項6】シリコン樹脂、フッ素樹脂、(メタ)アクリル樹脂から選ばれる1種以上の樹脂で被覆された樹脂被覆磁性キャリアを含有することを特徴とした請求項1、2、3、4または5記載の静電荷像現像用トナー。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、電子写真法、静電記録法、あるいは静電印刷法に用いる静電荷像現像用トナーに関するものである。

【0002】

【従来の技術】電子写真法における二成分現像方法ではキャリアが現像剤の攪拌、搬送、帯電などの機能を分担しており、キャリアとトナーの機能分離が明確になっている。そのためトナーの帯電制御が比較的容易で、高速化にも対応可能なことから二成分現像方法は広く用いられている。

【0003】また、最近では、シアン顔料、マゼンタ顔

料、イエロー顔料又はその他の有彩色顔料をバインダー中に分散させたカラートナーも使用されており、これらのカラートナーを用いたフルカラーあるいはモノカラーの複写機、プリンタが開発されている。

【0004】このようなカラートナーには、印刷後の画像が鮮やかな発色性を有すること、多色印刷を行った際の色重ねに於いて優れた透明性を発揮して色濁りの生じない鮮明な色再現性を有すること、あるいは、オーバーヘッドプロジェクター（以下、OHPという）シート上に転写・定着して得たカラー画像をスクリーン上に投影した際に濁りのない鮮明な色を写し出すこと、等の色再現特性が求められている。

【0005】また、トナー画像を定着する方式としては、ヒートロール定着方式が広く一般的に用いられているが、その際における良好な定着性及び耐オフセット性もカラートナーに求められる重要な特性である。最近のカラー複写機、あるいはプリンタにおいては、処理速度の高速化が行われて、定着温度はより低温に、定着時間もより短時間となってきている。さらに、マシン構造の簡略化およびメンテナンスの容易さを実現するため、定着用のヒートロールにオフセット防止用のオイルを塗布しないオイルレス定着方式が開発され、これに適したカ

30

40

50

ラートナーの要求が強まっている。

【0006】これらの要求特性を満たすため二成分現像方法に用いられるカラートナーにおいては種々の検討がなされている。特に帯電制御剤、及び離型剤の選択は重要であり、トナーと共に用いるキャリアの特性に応じた分子設計及び材料の選択が必要である。帯電制御剤においては、現在まで、種々のサリチル酸金属錯体、第4級アンモニウム塩、トリメチルエタン系染料、金属錯塩アゾ系染料等、様々な骨格の帯電制御剤が検討されてきた。また、離型剤においては、低分子量のポリプロピレンやポリエチレンワックスが主に検討されてきた。例えば、再公表特許WO99/28729にはサリチル酸系の新規なジルコニウムの錯体または塩を帯電制御剤として用いたトナーが提案されている。また、同公報の実施例においては前記帯電制御剤と低分子量ポリプロピレンワックス、およびカーボンブラックを用いた黒トナーが報告されている。

【0007】しかしながら、低温領域から高温領域までの広い温度範囲での定着性能、耐オフセット性能を十分に満足し、キャリアとの相性が良く、混合後瞬時に目的の帯電量に到達し、長期間帯電レベルを維持しうるカラートナーは見いだされていない。特に、最近においては二成分現像方式の特徴を生かした高速カラー印刷用途の複写機、プリンタの開発が行われており、このようなマ

* シンに適した高速カラー印刷用のトナーは見いだされていない。

【発明が解決しようとする課題】本発明は、幅広い温度領域で良好な定着・オフセット特性を示す、ヒートロール定着方式に適した静電荷像現像用トナーを提供することを目的とする。

【0008】また、本発明の他の目的は、色再現性、透明性に優れ、かつ、連続印刷した際も安定な帯電挙動を示し、良好な高画質画像が得られるカラー用の静電荷像現像用トナーを提供することにある。

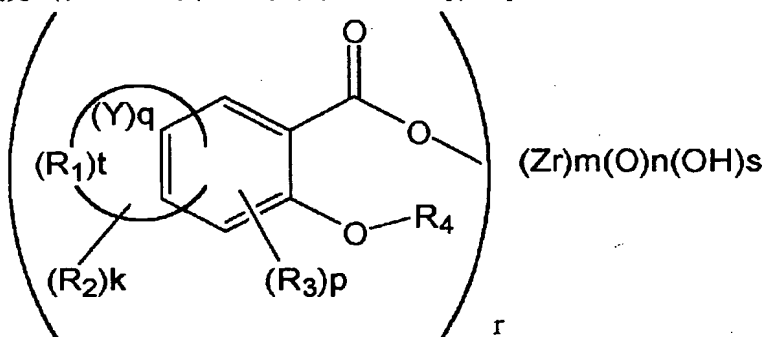
【0009】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題を解決すべく鋭意研究を重ねた結果、本発明に到達した。

【0010】即ち、本発明は上記課題を解決するために、バインダー樹脂、着色剤、離型剤及び帯電制御剤を含有してなるトナーであって、前記離型剤が高級脂肪酸エステル化合物及び／または脂肪族アルコール化合物を主成分とするワックスであり、前記帯電制御剤が下記一般式1で表されるジルコニウムの錯体または塩であることを特徴とする静電荷像現像用トナーを提供するものである。

<一般式1>

【化7】



(式中、 R_1 は4級炭素、メチン、メチレンであり、N、S、O、Pのヘテロ原子を含んでもよく、Yは飽和結合又は不飽和結合で結ばれた環状構造を表し、 R_2 、 R_3 は相互に独立してアルキル基、アルケニル基、アルコキシ基、置換基を有しても良いアリール基又はアリールオキシ基又はアラルキル基又はアラルキルオキシ基、ハロゲン基、水素、水酸基、置換基を有しても良いアミノ基、カルボキシル基、カルボニル基、ニトロ基、ニトロソ基、スルホニル基、シアノ基を表し、 R_4 は水素又はアルキル基を表し、tは0ないし1から12の整数、mは1から20の整数、nは0ないし1から20の整数、kは0ないし1から4の整数、pは0ないし1から4の整数、qは0ないし1から3の整数、rは1から20の整数、sは0又は1ないし20の整数である。)

【0011】本発明で使用する結着樹脂としては、通

常、トナーにおいて結着樹脂として汎用されているもので有れば特に限定すること無く使用することができ、例えば、ポリスチレン、スチレンー(メタ)アクリル酸エステル共重合体、オレフィン樹脂、ポリエステル樹脂、アミド系樹脂、カーボネイト樹脂、エポキシ系樹脂、並びにこれらのグラフト重合体及びそれらの混合物などを上げることができる。

【0012】それらの中でも、帯電安定性、保存安定性、定着特性、あるいは有彩色の有機顔料等を含むカラートナー用樹脂として用いた場合の色再現性等を考慮するとポリエステル樹脂、スチレンー(メタ)アクリル酸エステルの共重合体樹脂が好適に使用しうる。

【0013】本発明で用いられるポリエステル樹脂は、例えばジカルボン酸とジオールを通常の方法で脱水縮合して得られる。ジカルボン酸としては、例えば無水フタ

ル酸、テレフタル酸、イソフタル酸、オルソフタル酸、ナフタレンジカルボン酸、アジピン酸、マレイン酸、無水マレイン酸、フマル酸、イタコン酸、シトラコン酸、ヘキサヒドロ無水フタル酸、テトラヒドロ無水フタル酸、シクロヘキサンジカルボン酸、コハク酸、マロン酸、グルタル酸、アゼライン酸、セバシン酸等のジカルボン酸又はその誘導体が挙げられる。

【0014】また、ジオールとしては、例えばエチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、トリプロピレングリコール、ブタンジオール、ペンタンジオール、ヘキサジオール、シクロヘキサジメタノール、ビスフェノールA、ポリオキシエチレン-(2.0)-2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン及びその誘導体、ポリオキシプロピレン-(2.0)-2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、ポリオキシプロピレン-(2.2)-ポリオキシエチレン-(2.0)-2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、ポリオキシプロピレン-(6)-2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、ポリオキシプロピレン-(2.2)-2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、ポリオキシプロピレン-(2.4)-2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、ポリオキシプロピレン-(3.3)-2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン及びその誘導体、等が挙げられる。

【0015】さらに、例えばポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、エチレンオキサイド-プロピレンオキサイドランダム共重合体ジオール、エチレンオキサイド-プロピレンオキサイドブロック共重合体ジオール、エチレンオキサイド-テトラヒドロフラン共重合体ジオール、ポリカプロラク톤ジオール等のジオールを用いることも出来る。

【0016】また、必要に応じ、例えばトリメリット酸、無水トリメリット酸、ピロメリット酸、無水ピロメリット酸等の三官能以上の芳香族カルボン酸またはその誘導体を、あるいはソルビトール、1, 2, 3, 6-ヘキサンテトラオール、1, 4-ソルピタン、ペンタエリスリトール、1, 2, 4-ブタントリオール、1, 2, 5-ペンタントリオール、グリセリン、2-メチルプロパントリオール、2-メチル-1, 2, 4-ブタントリオール、トリメチロールエタン、トリメチロールプロパン、1, 3, 5-トリメチロールベンゼン等の三官能以上のアルコールを、あるいは、エチレングリコールジグリシジルエーテル、ヒドロキノンジグリシジルエーテル、N, N-ジグリシジルアニリン、グリセリントリグリシジルエーテル、トリメチロールプロパントリグリシジルエーテル、トリメチロールエタントリグリシジルエーテル、ペンタエリスリトールテトラグリシジルエーテル、ビスフェノールA型エポキシ樹脂、ビスフェノール

F型エポキシ樹脂、ビスフェノールS型エポキシ樹脂、クレゾールノボラック型エポキシ樹脂、フェノールノボラック型エポキシ樹脂、エポキシ基を有するビニル化合物の重合体、あるいは共重合体、エポキシ化レゾルシノール-アセトン縮合物、部分エポキシ化ポリブタジエン、半乾性もしくは乾性脂肪酸エステルエポキシ化合物の一種以上のもの等の三官能以上の多価エポキシ化合物を併用することも出来る。

【0017】カラートナー用のポリエステル樹脂としては、線状ポリエステルであることが望ましく、樹脂の重量平均分子量は $2 \times 10^3 \sim 1 \times 10^5$ であることが好ましく、より好ましくは $4 \times 10^3 \sim 3 \times 10^4$ である。線状ポリエステルは定着時の溶融特性が良好であり、透明性に優れているので、色重ね時の発色性に優れ、OHPシートの投影画像が鮮明になる。

【0018】また、3価以上の多価カルボン酸あるいは多価アルコールを併用して分岐あるいは架橋ポリエステル樹脂とすると高温での耐オフセット性が向上し、オイルレスヒートロール定着方式のカラートナーとして、あるいは黒トナー用の結着樹脂として適している。

【0019】さらに、直鎖状ポリエステル樹脂を分岐あるいは架橋ポリエステル樹脂と組み合わせると、低温定着性および高温での耐オフセット性がさらに優れたトナーが得られる。線状ポリエステルと分岐又は架橋ポリエステルとの混合割合は10/90~90/10が好ましく、30/70~70/30がより好ましい。

【0020】本発明に用いるポリエステル樹脂は、触媒の存在下、上記の原料成分を用いて脱水縮合反応或いはエステル交換反応を行うことにより得ることができる。この際の反応温度及び反応時間は、特に限定されるものではないが、通常150~300℃で2~24時間である。

【0021】上記反応を行う際の触媒としては、例えばテトラブチルチタネート、酸化亜鉛、酸化第一錫、ジブチル錫オキサイド、ジブチル錫ジラウレート等を適宜使用する事が出来る。

【0022】また、ポリエステル樹脂としては、二成分現像用トナーとして適正なガラス転移点、溶融粘度特性を有していれば良く、その粘度が 1×10^3 ポイズとなる温度が95℃以上のものが定着性が良好で好ましいが、なかでも、その粘度が 1×10^3 ポイズとなる温度が95~170℃のものが低温における定着性も良好なのでより好ましく、その粘度が 1×10^3 ポイズとなる温度が95~160℃のものが、特に好ましい。

【0023】また、ガラス転移温度(Tg)は40℃以上のものが好ましく、中でも、Tgが45~85℃のものが特に好ましい。

【0024】さらに、酸価としては、1~30mg KOH/gであり、より好ましくは1~20mg KOH/gである。また、水酸基価としては10~100mg KO

H/gであり、より好ましくは10~60mg KOH/gであることが、トナーの耐湿性が良好となる点で好ましい。

【0025】また、本発明で用いられるスチレンー（メタ）アクリル酸エステルの共重合体樹脂に用いられるスチレンモノマーとしては、例えばスチレン、 α -メチルスチレン、ビニルトルエン、p-スルホンスチレン、ジメチルアミノメチルスチレン等がある。

【0026】（メタ）アクリル酸エステルモノマーとしては、例えばメチル（メタ）アクリレート、エチル（メタ）アクリレート、n-プロピル（メタ）アクリレート、イソプロピル（メタ）アクリレート、n-ブチル（メタ）アクリレート、イソブチル（メタ）アクリレート、ターシャリーブチル（メタ）アクリレート、オクチル（メタ）アクリレート、2-エチルヘキシル（メタ）アクリレート、ラウリル（メタ）アクリレート、ステアリル（メタ）アクリレートの如きアルキル（メタ）アクリレート；シクロヘキシル（メタ）アクリレートの如き脂環族（メタ）アクリレート；ベンジル（メタ）アクリレートの如き芳香族（メタ）アクリレート；ヒドロキシエチル（メタ）アクリレートの如き水酸基含有（メタ）アクリレート；（メタ）アクリロキシエチルホスフェートの如きリン酸基含有（メタ）アクリレート；2-クロロエチル（メタ）アクリレート、2-ヒドロキシ3-クロロプロピル（メタ）アクリレート、2,3-ジプロモプロピル（メタ）アクリレートの如きハロゲン原子含有（メタ）アクリレート；グリシジル（メタ）アクリレートの如きエポキシ基含有（メタ）アクリレート；2-メトキシエチル（メタ）アクリレート、2-エトキシエチル（メタ）アクリレートの如きエーテル基含有（メタ）アクリレート；ジメチルアミノエチル（メタ）アクリレート、ジエチルアミノエチル（メタ）アクリレートの如き塩基性窒素原子又はアミド基含有（メタ）アクリレート；等が挙げられる。

【0027】また、これらと共に共重合可能な不飽和化合物も必要に応じ用いることができる。例えば、（メタ）アクリル酸、イタコン酸、クロトン酸、マレイン酸、フマル酸の如きカルボキシル基含有ビニルモノマー；スルホエチルアクリルアミドの如きスルホ基含有ビニルモノマー；（メタ）アクリロニトリルの如きニトリル基含有ビニルモノマー；ビニルメチルケトン、ビニルイソプロペニルケトンの如きケトン基含有ビニルモノマー；N-ビニルイミダゾール、1-ビニルピロール、2-ビニルキノリン、4-ビニルピリジン、N-ビニル2-ピロリドン、N-ビニルピペリドンの如き塩基性窒素原子又はアミド基含有ビニルモノマー等を使用することができる。

【0028】また、架橋剤を上記ビニルモノマーに対して0.1~2重量%の範囲で使用してもよい。架橋剤としては、例えば、ジビニルベンゼン、ジビニルナフタレン、ジビニルエーテル、エチレングリコールジ（メタ）アク

リレート、ジエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、トリエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、ポリエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、1,3-ブチレングリコールジ（メタ）アクリレート、1,6-ヘキサングリコールジ（メタ）アクリレート、ネオペンチルグリコールジ（メタ）アクリレート、プロピレングリコールジ（メタ）アクリレート、ジプロピレングリコールジ（メタ）アクリレート、ポリプロピレングリコールジ（メタ）アクリレート、トリメチロールプロパントリ（メタ）アクリレート、テトラメチロールメタンテトラ（メタ）アクリレート等が挙げられる。

【0029】あるいは前記カルボキシル基含有ビニルモノマーを共重合せしめたスチレンー（メタ）アクリル酸エステルの共重合体を用いた樹脂においては、金属塩を用いて架橋樹脂とすることもできる。金属塩としてはAl、Ba、Ca、Cd、Co、Cr、Cu、Fe、Hg、Mg、Mn、Ni、Pb、Sn、Sr、Zn等のハロゲン化物、水酸化物、酸化物、炭酸化物、カルボン酸塩、アルコキシレート、キレート化合物等がある。架橋反応は溶媒の存在下に加熱攪拌することにより行うことができる。

【0030】スチレンー（メタ）アクリル酸エステルの共重合体の製造方法としては通常の重合方法を採用することが可能で、溶液重合、懸濁重合、塊状重合等、重合触媒の存在下に重合反応を行う方法が挙げられる。

【0031】重合触媒としては、例えば、2,2'-アゾビス（2,4ジメチルバレロニトリル）、2,2'-アゾビスイソブチロニトリル、1,1'-アゾビス（シクロヘキサニ-1-カルボニトリル）、ベンゾイルパーオキサイド、ジブチルパーオキサイド、ブチルパーオキシベンゾエート等が挙げられ、その使用量はビニルモノマー成分の0.1~10.0重量%が好ましい。

【0032】本発明で用いられるスチレンー（メタ）アクリル酸エステルの共重合体樹脂としては、二成分現像用トナーとして適正なガラス転移点、熔融粘度特性を有していれば良く、その粘度が 1×10^3 ポイズとなる温度が95℃以上のものが定着性が良好で好ましいが、なかでも、その粘度が 1×10^3 ポイズとなる温度が95~170℃のものが低温における定着性も良好なのでより好ましく、その粘度が 1×10^3 ポイズとなる温度が95~160℃のものが、特に好ましい。

【0033】一方、スチレンー（メタ）アクリル酸エステルの共重合体樹脂のガラス転移温度（Tg）は40℃以上のものが好ましく、中でも、Tgが45~85℃のものが特に好ましい。また、酸価については30以下が望ましく、20以下であることが特に望ましい。酸価が高すぎると帯電量の低下を招き所期の帯電量が得られない。

【0034】本発明において有彩色の着色剤を用いてカラートナーを製造するにはカラー画像の発色性、透明性に優れるという点でポリエステル樹脂を用いることが望

ましい。ポリエステル樹脂はスチレンアクリル樹脂に比較して、より強靱であり現像装置内でのストレスに耐え、なおかつ低融点であるという特性を持ちカラートナー用樹脂として適している。

【0035】本発明で使用することのできる着色剤としては、周知のものがあげられる。黒の着色剤としては製法により分類されるファーンズブラック、チャンネルブラック、アセチレンブラック、サーマルブラック、ランブブラック、等のカーボンブラックがある。

【0036】また、有彩色の着色剤の例として、青系の着色剤としてはフタロシアニン系のC. I. Pigment Blue 15-3、インダンスロン系のC. I. Pigment Blue 60等が、赤系の着色剤としてはキナクリドン系のC. I. Pigment Red 122、アゾ系のC. I. Pigment Red 22、C. I. Pigment Red 48:1、C. I. Pigment Red 48:3、C. I. Pigment Red 57:1等が、黄系の着色剤としてはアゾ系のC. I. Pigment Yellow 12、C. I. Pigment Yellow 13、C. I. Pigment Yellow 14、C. I. Pigment Yellow 17、C. I. Pigment Yellow 97、C. I. Pigment Yellow 155、イソインドリノン系のC. I. Pigment Yellow 110、ベンズイミダゾロン系のC. I. Pigment Yellow 151、C. I. Pigment Yellow 154、C. I. Pigment Yellow 180、等がある。

【0037】着色剤の含有量は、バインダー樹脂100重量部に対して1重量部から20重量部の範囲内が好ましい。これらの着色剤は1種又は2種以上の組み合わせで使用することができる。

【0038】本発明で用いる離型剤は高級脂肪酸エステル化合物及び／または脂肪族アルコール化合物を主成分とするワックスである。このような離型剤は本発明のポリエステル樹脂中における分散性が良く、また、離型性、摺動性が良好であり好ましい。これらのワックスをトナー中に添加する場合、同量のポリプロピレンワックス、ポリエチレンワックス等ポリオレフィン系ワックスと比較して、より良好な耐ホットオフセット性、定着強度が得られる。

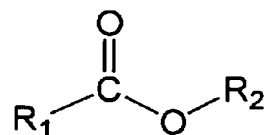
【0039】また、更に高級脂肪酸エステル化合物及び／または脂肪族アルコール化合物を主成分とするワックスはヒートロール定着時におけるオフセット現象を防止する離型剤としての働きの他に、多数枚、長時間の印刷においても、例えば二成分現像剤用トナーとして用いた場合、キャリア表面に付着することなく、トナーに安定

した帯電を与え、飛散トナーの発生等が無く高品位かつ高精細な画像の印刷を可能とする。さらに、有彩色の着色剤と共に用いてカラートナーとした場合、ポリプロピレンワックスのような炭化水素系のワックスと比較して透明性に優れたカラートナーが得られる。このような特性を有するカラートナーは、透明性があり、鮮やかな投影画像が求められるOHPシートへの印刷、および2色以上を重ねて印刷して良好な色再現性の中間色を印刷する用途に適している。

【0040】高級脂肪酸エステル化合物及び／または脂肪族アルコール化合物を主成分とするワックスとしてはカルナバワックス、モンタン系エステルワックス、ライスワックス、カイガラムシワックス、ラノリンワックスまたは下記一般式2乃至6で表される化合物がある。

<一般式2>

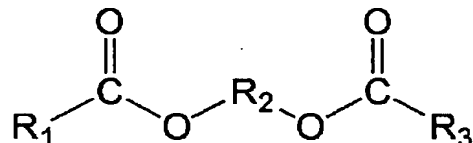
【化8】



(R1及びR2は炭素数1～40の炭化水素基であり、少なくともどちらか一方は炭素数が12以上の鎖状の炭化水素基を示す。)

【0041】<一般式3>

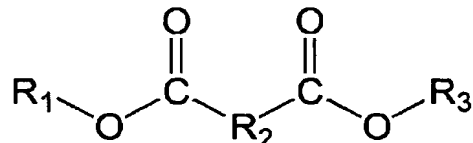
【化9】



(R1、R2及びR3は炭素数1～40の炭化水素基であり、少なくともいずれか一つが炭素数12以上の鎖状の炭化水素基を示す。)

【0042】<一般式4>

【化10】



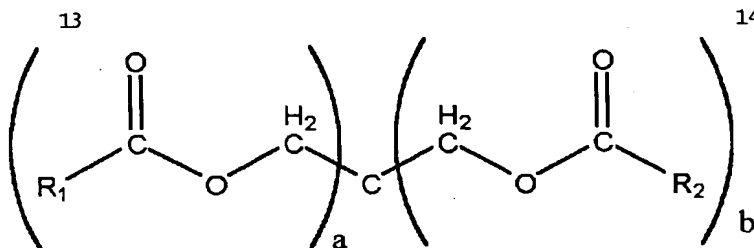
(R1、R2及びR3は炭素数1～40の炭化水素基であり、少なくともいずれか一つが炭素数12以上の鎖状の炭化水素基を示す。)

【0043】<一般式5>

【化11】

(8)

特開2002-123034

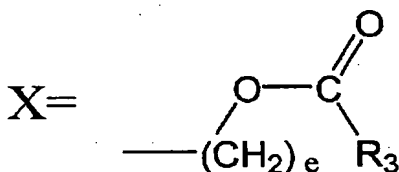
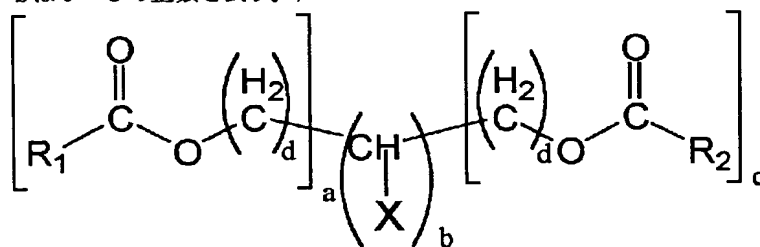


(R₁は炭素数12～40の炭化水素基。R₂は炭素数1～40の炭化水素基。また、a+b=4であり、aは1～4の整数を表し、bは0～3の整数を表す。)

*【0044】<一般式6>

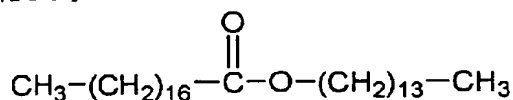
【化12】

*10



(R₁、R₂及びR₃は炭素数1～40の炭化水素基であり、少なくともいずれか一つが炭素数12以上の鎖状の炭化水素基。また、a及びcは0～2の整数であり、a+c=2である。bは1から4の整数であり、dは1または2である。さらに、e=d-1である。)

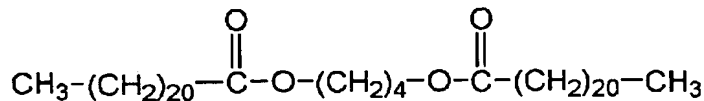
※【化13】



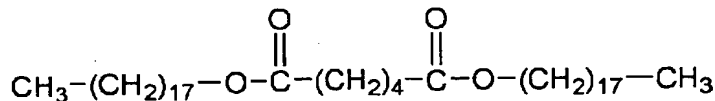
【0045】上記一般式で表されるワックスの具体的な例としては以下の化合物がある。

【0047】<ワックス2>;一般式3の具体的な例【化14】

【0046】<ワックス1>;一般式2の具体的な例 ※

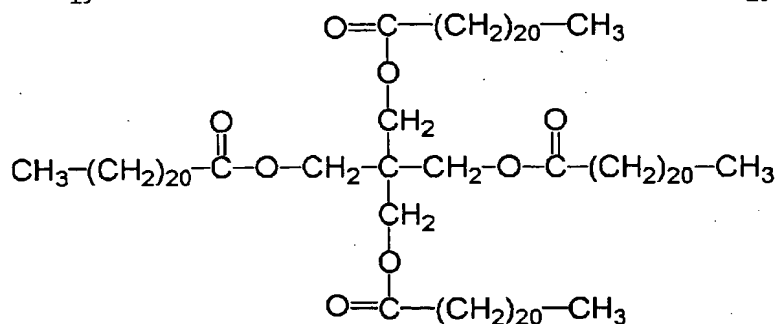


【0048】<ワックス3>;一般式4の具体的な例 ★ ★【化15】

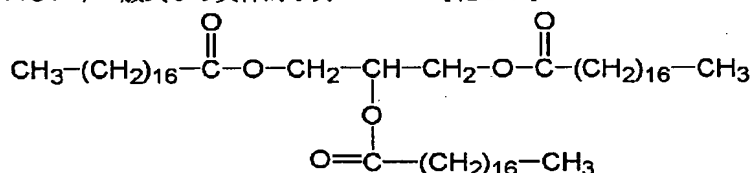


【0049】<ワックス4>;一般式5の具体的な例

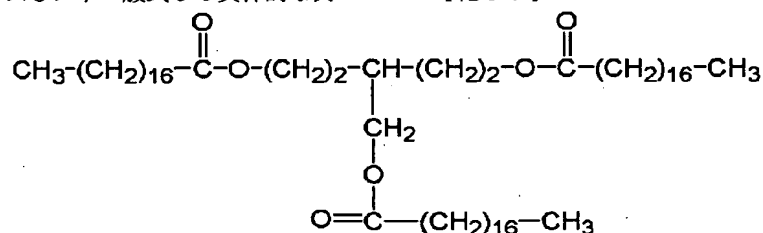
【化16】



【0050】＜ワックス5＞；一般式6の具体的な例 ＊ ＊【化17】



【0051】＜ワックス6＞；一般式6の具体的な例 ※ ※【化18】



【0052】また、カルナバワックスとしては精製により遊離脂肪酸を除去した脱遊離脂肪酸型カルナバワックスを用いることが好ましい。脱遊離脂肪酸型カルナバワックスの酸価としては8以下が好ましく、より好ましくは酸価5以下である。脱遊離脂肪酸型カルナバワックスは従来のカルナバワックスより微結晶となりポリエステル樹脂中での分散性が向上する。モンタン系エステルワックスは鉱物より精製されたものであり、精製によりカルナバワックスと同様に微結晶となりポリエステル樹脂中での分散性が向上する。

【0053】モンタン系エステルワックスでは酸価として特に30以下であることが好ましい。また、ライスワックスは米ぬかロウを精製したものであり、酸価は13

以下であることが好ましい。【0054】カイガラシワックスはカイガラシ（別名イボタロウムシ）の幼虫が分泌する蠟状成分を、例えば、熱湯に溶かし、上層を分離後冷却固化して、あるいはそれを繰り返すことにより得ることができる。このような手段により精製されたカイガラシワックスは固体状態において白色であり、極めてシャープな融点を示し本発明におけるトナー用ワックスとして適している。精製により酸価は10以下となり、トナー用として好ましいのは5以下である。

【0055】ラノリンワックスは羊の毛に付着するロウ様物質を精製し脱水したもので、酸価としては8以下のものを使用するのが好ましく、より好ましくは酸価5以下である。

【0056】脂肪族アルコール化合物を主成分とする離型剤は、パラフィン、オレフィン等の酸化反応により得られる高級アルコールを主成分とするものが挙げられる。脂肪族アルコールを主成分とする離型剤は、例えば、「ユニリン 425」、「ユニリン 550」（以上 ベトロライト（株））、「NPS-9210」、「バラコール5070」（以上 日本精蠟（株））等が挙げられる。

【0057】以上の具体例の中でも、特に酸価8以下のカルナバワックス、カイガラシワックス及びペンタエリスリトールのテトラベヘニン酸エステルである＜ワックス4＞が本発明において使用できる最も好ましいワックスである。

【0058】本発明におけるワックスでは、融点が65℃～130℃の範囲にあるものが、耐オフセット性への寄与が大きく、特に好ましい。

【0059】ワックスは単独で用いても組み合わせて用いても良く、バインダー樹脂に対して0.3～15重量部、好ましくは1～5重量部含有させることにより良好

な定着オフセット性能が得られる。0.3重量部より少ないと耐オフセット性が損なわれ、1.5重量部より多いとトナーの流動性が悪くなり、また、二成分現像剤の場合、キャリア表面に付着することによりスベントキャリアが発生し、トナーの帯電特性に悪影響を与えることになる。

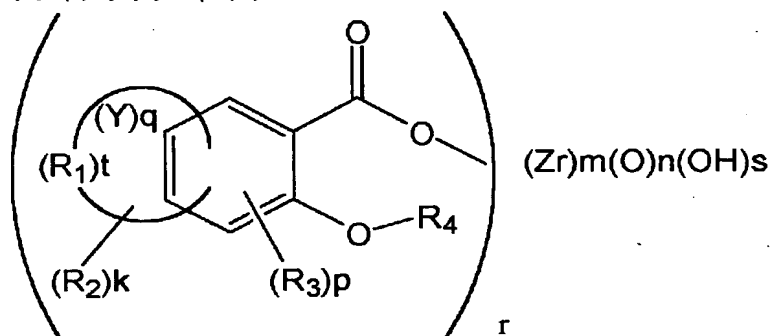
【0060】なお、ポリアミドワックス、グラフト重合ワックス、変成ポリオレフィンワックス、ポリブロビレ*

*ンワックス、ポリエチレンワックス等の合成ワックスも本発明におけるワックスと併用して用いることができる。

【0061】本発明では下記の一般式1の化合物を帯電制御剤として用いる。

<一般式1>

【化19】<一般式1>

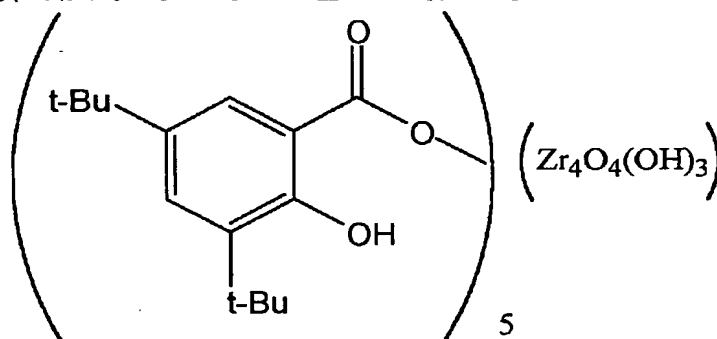


(式中、R₁は4級炭素、メチン、メチレンであり、N、S、O、Pのヘテロ原子を含んでいてもよく、Yは飽和結合又は不飽和結合で結ばれた環状構造を表し、R₂、R₃は相互に独立してアルキル基、アルケニル基、アルコキシ基、置換基を有しても良いアリール基又はアリールオキシ基又はアラルキル基又はアラルキルオキシ基、ハロゲン基、水素、水酸基、置換基を有しても良いアミノ基、カルボキシ基、カルボニル基、ニトロ基、ニトロソ基、スルホニル基、シアノ基を表し、R₄は水素又はアルキル基を表し、tは0ないし1から12の整※

20※数、mは1から20の整数、nは0ないし1から20の整数、kは0ないし1から4の整数、pは0ないし1から4の整数、qは0ないし1から3の整数、rは1から20の整数、sは0又は1ないし20の整数である。) 本発明の帯電制御剤は一般式1を逸脱しない範囲で種々の構造の化合物が好適に使用できるが、下記の構造の化合物がより高い帯電付与能力、帯電安定性、透明性を有し特に好適に使用できる。

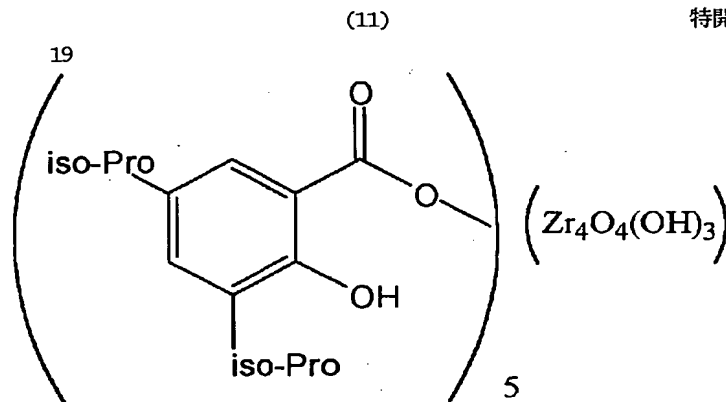
【0062】<帯電制御剤1>

【化20】



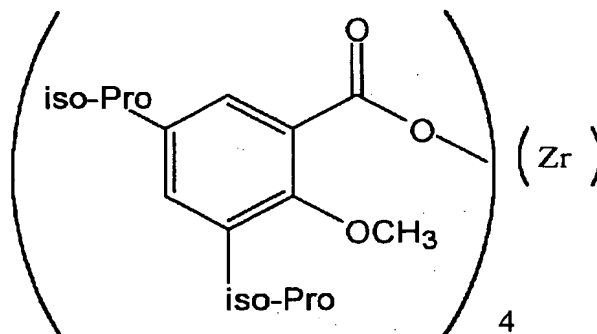
【0063】<帯電制御剤2>

【化21】



【0064】<帯電制御剤3>

* * 【化22】



【0065】上記化合物の使用量としてはバインダー樹脂100重量部に対し、0.1~10重量部の範囲であり、この範囲であると、トナー抵抗の低下もなく十分な帯電性能が得られる。

【0066】一般式1の化合物と併用できる帯電制御剤としては、従来公知の帯電制御剤を用いることができる。例えば正帯電制御剤としてニグロシン系染料、トリフェニルメタン系染料、4級アンモニウム塩、4級アンモニウム基及び／又はアミノ基を含有する樹脂等が、負帯電制御剤としてトリメチルエタン系染料、サリチル酸の金属錯塩、ベンジル酸の金属錯塩、銅フタロシアニン、ペリレン、キナクリドン、アゾ系顔料、金属錯塩アゾ系染料、アゾクロムコンプレックス等の重金属含有酸性染料、カリックスアレン型のフェノール系縮合物、環状ポリサッカライド、カルボキシ基及び／又はスルホン基を含有する樹脂、等が必要に応じて用いられる。

【0067】特に、本発明のトナーをカラートナーとして用いる場合においては併用する帯電制御剤としては無色の化合物を使用するのが望ましい。無色の負帯電性帯電制御剤としては、例えばサリチル酸の金属(Zn)錯化合物としてオリエント化学社製「ボントロンE-84」が、ベンジル酸の金属錯化合物としては日本カーリット製「LR-147」、「LR-297」等がある。

また、無色の正帯電制御剤としては4級アンモニウム塩※

※構造のTP-302、TP-415、TP-610；

(保土谷化学製)、ボントロンP-51；(オリエント化学製)、コピーチャージPSY(クラリアントジャパン)等がある。本発明に用いる一般式1の帯電制御剤は負帯電性帯電制御剤であるので、その他の帯電制御剤を併用する場合は負の帯電制御剤であることが好ましい。

【0068】本発明では、トナーの流動性向上、帯電特性改良などトナーの表面改質のために種々の添加剤(外添剤と呼ぶ)を用いることができる。本発明で用いることのできる外添剤としては、例えば二酸化珪素、酸化チタン、酸化アルミ、酸化セリウム、酸化亜鉛、酸化錫、酸化ジルコニウム等の無機微粉体及びそれらをシリコンオイル、シランカップリング剤などの疎水化処理剤で表面処理したもの、ポリスチレン、アクリル、スチレンアクリル、ポリエステル、ポリオレフィン、セルロース、ポリウレタン、ベンゾグアナミン、メラミン、ナイロン、シリコン、フェノール、フッ化ビニリデン、テフロン(登録商標)等の樹脂微粉体等が用いられる。

【0069】これらの中でも各種のポリオルガノシロキサンやシランカップリング剤等で表面を疎水化処理した二酸化珪素(シリカ)が特に好適に用いることができる。そのようなものとして、例えば、次のような商品名で市販されているものがある。

【0070】

AEROSIL R972, R974, R202, R805, R812,
RX200, RY200, R809, RX50,
RA200HS, RA200H

(日本アエロジル(株))
 WACKER HDK H2000、H2050EP
 HDK H3050EP、HVK2150
 (ワッカーケミカルズイーストアジア(株))
 Nipsil SS-10、SS-15、SS-20、SS-50、
 SS-60、SS-100、SS-50B、SS-50F、
 SS-10F、SS-40、SS-70、SS-72F、
 (日本シリカ工業(株))
 CABOSIL TG820F
 (キャボット・スペシャルティ・ケミカルズ・インク)

【0071】外添剤の粒子径はトナーの直径の1/3以下であることが望ましく、特に好適には1/10以下である。また、これらの外添剤は、異なる平均粒子径の2種以上を併用してもよい。外添剤の使用割合はトナー100重量部に対して、0.05～5重量%、好ましくは0.1～3重量%である。

【0072】本発明におけるトナーは、これまで記載してきた以外のその他の添加剤をトナー粒子内部に含める様にしても良い。一例として、例えば金属石鹸、ステアリン酸亜鉛等の滑剤が、研磨剤として、例えば酸化セリウム、炭化ケイ素等が使用できる。

【0073】また、着色剤の一部もしくは全部を磁性粉に置き換えた場合には磁性一成分現像用トナーとして用いることができる。磁性粉としては、鉄、コバルト、ニッケルなどの強磁性金属、もしくはマグネタイト、ヘマタイト、フェライトなどの合金や化合物の粉末が用いられる。これらの磁性粉は、必要に応じて有機珪素あるいはチタン化合物等により疎水化処理したものも好適に用いられる。磁性粉の含有量はトナー重量に対して15～70重量%が良い。

【0074】本発明のトナー組成物は、特定の製造方法によらず極めて一般的な製造方法に依って得る事ができるが、例えば樹脂と着色剤と帯電制御剤とを、樹脂の融点(軟化点)以上で熔融混練した後、粉碎し、分級することにより得ることが出来る。具体的には例えば、上記の樹脂と着色剤を2本ロール、3本ロール、加圧ニーダー、又は2軸押し出し機等の混練手段により混合する。この際、樹脂中に、着色剤等が均一に分散すればよく、その熔融混練の条件は特に限定されるものではないが、通常80～180℃で30秒～2時間である。着色剤は樹脂中に均一に分散するようにあらかじめフラッシング処理、あるいは樹脂と高濃度で熔融混練したマスターバッチを用いても良い。次いで、それを冷却後、ジェットミル等の粉碎機で微粉碎し、風力分級機等により分級するという方法が挙げられる。

【0075】トナーを構成する粒子の平均粒径は、特に制限されないが、通常5～15μmとなる様に調整される。通常、この様にして得られたトナー母体に対しては、トナー母体よりも小さい粒径の微粒子(以下、外添剤と呼ぶ)が、例えばヘンシェルミキサー等の混合機を

用いて混合される。

【0076】本発明におけるトナーは磁性キャリアと混合することにより二成分現像剤として用いることができる。この場合、磁性キャリアの表面は樹脂により被覆されたものであることが望ましい。表面を樹脂で被覆することにより現像剤の帯電が安定する。

【0077】本発明のトナーを用いて二成分現像剤を作製するキャリアとしては、通常二成分現像方式に用いられる鉄粉キャリア、マグネタイトキャリア、フェライトキャリアが使用できるが、中でも真比重が低く、高抵抗であり、環境安定性に優れ、球形にし易いため流動性が良好なフェライト、またはマグネタイトキャリアが好適に用いられる。キャリアの形状は球形、不定形等、特に差し支えなく使用できる。平均粒径は一般的には10～500μmであるが、高解像度画像を印刷するためには30～80μmが好ましい。

【0078】また、これらのキャリアを樹脂で被覆したコーティングキャリアも好適に使用でき、被覆樹脂としては、例えばポリエチレン、ポリプロピレン、ポリスチレン、ポリアクリロニトリル、ポリビニルアセテート、ポリビニルアルコール、ポリビニルブチラール、ポリ塩化ビニル、ポリビニルカルバゾール、ポリビニルエーテルポリビニルケトン、塩化ビニル/酢酸ビニル共重合体、スチレン/アクリル共重合体、オルガノシロキサン結合からなるストレートシリコン樹脂あるいはその変性品、フッ素樹脂、(メタ)アクリル樹脂、ポリエステル、ポリウレタン、ポリカーボネート、フェノール樹脂、アミノ樹脂、メラミン樹脂、ベンゾグアナミン樹脂、ユリア樹脂、アミド樹脂、エポキシ樹脂等が使用できる。これらの中でも、特にシリコン樹脂、フッ素樹脂、(メタ)アクリル樹脂が帯電安定性、被覆強度等に優れ、より好適に使用し得る。つまり本発明では、磁性キャリアが、シリコン樹脂、フッ素樹脂、(メタ)アクリル樹脂から選ばれる1種以上の樹脂で被覆された樹脂被覆磁性キャリアであることが好ましい。

【0079】キャリア芯材表面への樹脂の被覆方法は特に手段を選ぶものではないが、被覆樹脂の溶液中に浸漬する浸漬法、被覆樹脂溶液をキャリア芯材表面へ噴霧するスプレー法、あるいはキャリアを流動エアにより浮遊させた状態で噴霧する流動床法、ニーダーコーター中

でキャリア芯材と被覆樹脂溶液を混合し、溶剤を除去するニーダーコーター法などが挙げられる。被覆樹脂溶液中に使用される溶剤は被覆樹脂を溶解するものであれば特に限定されるものではないが、例えば、トルエン、キシレン、アセトン、メチルエチルケトン、テトラヒドロフラン、ジオキサン等が使用できる。キャリア表面への被覆層の厚さは、通常0.1～3.0μmである。

【0080】本発明のトナーと、磁性キャリアとの重量割合は特に制限されるものではないが、通常キャリア100重量部当たり、トナー0.5～10重量部である。

【0081】こうして得られた本発明の静電荷像現像用トナー及びそれを用いた現像剤は、公知慣用の方法で被記録媒体上に現像され定着されるが、定着方式としては、ヒートロール定着方式を採用するのが好ましい。ヒートロールとしては、トナーを溶融定着しうる温度に加熱できる円筒体の表面を、例えばシリコン樹脂やフッ素樹脂等の離型性と耐熱性を兼備するコーティング樹脂で被覆したものが用いられる。ヒートロール定着方式で*

(合成例1)

テレフタル酸	415重量部
イソフタル酸	415重量部
ポリオキシエチレン(2.0)-2,2- ービス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン	1650重量部

【0085】以上のモノマーを攪拌器、コンデンサー、温度計をセットした四つ口フラスコに入れ、窒素ガス気流下、全酸成分に対して6重量部のテトラブチルチタネートを添加し、脱水縮合により生成した水を除去しながら、220℃にて15時間反応させた。得られた線状ポリエステルの分子量は、Mw:11000、Mn:4100であり、見かけ溶融粘度は1×10³ポイズとなる時の温度が105℃、酸価は10であった。Tgは62℃

(合成例2)

スチレン	320重量部
ブチルアクリレート	80重量部
アゾビスイソブチロニトリル	4重量部
キシレン	600重量部

【0088】以上のモノマーを丸底フラスコに投入し、窒素ガス雰囲気中で80℃で約10時間反応させた後、130℃迄加温し重合を終了した。その後、180℃迄加温すると共に真空ポンプにて0.5mmHg迄減圧脱気して溶剤を除去した。

(実施例1)

<トナーの製造>

・合成例1の樹脂	93重量部
・Fastgen Super Magenta R「大日本インキ化学工業」製	4重量部
・帯電制御剤1	1重量部
・精製カルナバワックスNo.1	2重量部

(酸価5、セラリカNODA(株)製)

をヘンシェルミキサーで混合し、2軸混練機で混練する。このようにして得た混練物を粉碎、分級して体積平

*は、上記した様なヒートロールを少なくとも一つ有する適当な圧力にて押圧された二つのロール間を被印刷媒体が通過することによりトナーの定着が行われる。本発明の静電荷像現像用トナーの格別顕著な技術的效果は、より高速で現像され、ヒートロール定着が行われる現像定着装置において発揮される。

【0082】本発明における被記録媒体としては、公知慣用のものがいずれも使用できるが、例えば、普通紙、樹脂コート紙等の紙類、PETフィルム、OHPシート等の合成樹脂フィルムやシート等が挙げられる。

【0083】

【実施例】次に本発明を実施例により詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。なお、以下において、組成表内の数値は「重量部」を表わす。最初にトナーを調製するにあたって用いたバインダー樹脂の合成例を下記に示す。

【0084】

※℃であった。

【0086】見掛け溶融粘度は、島津製作所社製フローテスターCFT-500Cにて、試料トナー量1.0g、加重10kg、ダイの穴径1.0mm×1.0mm、測定開始温度60℃にて予熱時間300秒、昇温速度6.0℃/minにて測定した。

【0087】

★【0089】得られたスチレンアクリル樹脂の見かけ溶融粘度は1×10³ポイズとなる時の温度が115℃、Tgは61℃であった。

【0090】

★

均粒子径7.5μmの「トナー原体A」を得た。

【0091】

- ・上記「トナー原体A」
- ・日本アエロジル製シリカ「R-812」

100重量部
1重量部

をヘンシェルミキサーで混合の後、篩いかけをして、「トナーA」を得た。
【0092】＜現像剤の調整＞トナーAを4部とパウダーテック社製キャリア「フェライトキャリアF-150」96部を摩擦混合させて現像剤Aを調整した。
【0093】以下、実施例1と同様に表-1の配合にて*

*トナーを製造し現像剤A（実施例1）～現像剤E（実施例5）、及び現像剤F（比較例1）～現像剤H（比較例3）を製造した。
【0094】
【表1】

表-1. 配合表

例	現像剤	樹脂	着色剤	WAX	帯電制御剤	体積平均径(μm)
実施例1	A	合成例1 93部	Magenta R 4部	カルナバWAX 2部	帯電制御剤1 1部	7.5
実施例2	B	合成例1 94部	T.Y.HG 3部	ワックス4 2部	帯電制御剤1 1部	7.7
実施例3	C	合成例1 93部	Magenta R 4部	カイガラムシWAX 2部	帯電制御剤2 1部	7.4
実施例4	D	合成例1 95部	KET B.111 2部	カルナバWAX 2部	帯電制御剤3 1部	7.6
実施例5	E	合成例2 95部	KET B.111 2部	カルナバWAX 2部	帯電制御剤1 1部	7.7
比較例1	F	合成例1 93部	Magenta R 4部	PPWAX 2部	帯電制御剤1 1部	7.5
比較例2	G	合成例1 93部	Magenta R 4部	カルナバWAX 2部	E-84 1部	7.7
比較例3	H	合成例1 93部	Magenta R 4部	PPWAX 2部	E-84 1部	7.6

【0095】表中の表示は以下の通り。

- ・Magenta R ; Fastogen Super Magenta R「大日本インキ化学工業」製
- ・T.Y.HG ; Toner Yellow HG VP2155「クラリアントジャパン」製
- ・KET B.111 ; KET Blue 111「大日本インキ化学工業」製
- ・カルナバWAX ; カルナバワックスNo. 1（酸価5）
セラリカNODA（株）製
- ・カイガラムシWAX ; 精製雪ロウNo. 1（酸価2）
セラリカNODA（株）製
- ・PP WAX ; Viscol 550P「三洋化成」製ポリプロピレンワックス
- ・ワックス4 ; ペンタエリスリトールのテトラベヘニン酸エステル
- ・E-84 ; ジサリチル酸亜鉛錯体「オリエント化学」製

【0096】＜ヒートロール定着による定着オフセットテスト＞市販の二成分現像方式の複写機を改造したテスト機にてA-4紙サイズの未定着画像サンプルを作製し、下記仕様のヒートロール定着ユニットを用いて、下記のテスト条件にて定着開始温度、およびオフセット現象の有無を確認した。

ロール材質 上：四弗化エチレン
 下：HTVシリコン
ロール形状 径：50mm
 長さ：370mm
上ロール荷重 : 7kg
上/下ロールニップ幅 : 4mm
紙送り速度 : 100mm/sec

定着開始温度を測定するため下記の式により計算される画像濃度残存比率を求めた。

【0097】画像濃度残存比率＝堅牢度試験後画像濃度／同左試験前画像濃度

*画像濃度はマクベス画像濃度計RD-918にて測定

した。

*堅牢度試験後画像濃度とは、学振型摩擦堅牢度試験機（荷重：200g，擦り操作：5ストローク）を用いて定着画像を擦った後の画像濃度である。画像濃度残存比率80%以上で実用上問題ないレベルとし、その最低温度を定着開始温度とした。

【0098】オフセット開始温度は定着画像サンプルを観察し、目視にてオフセット現象が認められる温度とした。結果を表-2に示した。

【0099】＜印刷耐久テスト＞市販の複写機を用いて50000枚の連続プリントにおける画像部の濃度及び地汚れ濃度を測定すると共に、現像剤の帯電量を測定した。画像濃度及び地汚れはマクベス濃度計RD-918で測定した。なお、地汚れは印刷後の白地部濃度からプリント前白紙濃度を差し引いて求めた。その差が0.01未満の時を○、0.01～0.03未満の時を△、0.03以上の時を×とした。

【0100】帯電量については各印字枚数毎にトナーを

現像装置内部から採取して、ブローオフ帯電量測定機で測定した。結果を表-2に示した。

【0101】＜OHP鮮明度の評価＞市販の複写機を用いて、OHPシート上に未定着画像を形成し、別に用意した定着試験器により未定着画像の定着を行った。定着試験器としては、温度センサー内臓型のヒートロール定着機を用いてロール温度140℃にて行った。ヒートロール（上）はテフロン（デュボン社登録商標）製、下ロールはHTVシリコン製で、荷重は7kg/350mm、ニップ幅は4mm、シート通し速度は50mm/秒*10

*で定着を行った。

【0102】以上の手順により作成したOHPシートを、オーバーヘッドプロジェクターにて白色のスクリーンに投影し鮮明度の評価を行った。評価は目視で行い鮮明で透明性のある良好な投影画像であれば○、濁りのある黒みがかった投影画像であれば×とした。結果を表-2に示した。

【0103】

【表2】

表-2								
	OHP透過性	定着開始温度℃	オフセット開始温度℃	印刷テスト	初期	10kP	30kP	50kP
実施例1	○	115	150	帯電量	-18	-18	-18	-18
				画像濃度	1.29	1.29	1.30	1.29
				地汚れ	○	○	○	○
実施例2	○	110	150	帯電量	-17	-18	-18	-17
				画像濃度	1.20	1.20	1.19	1.19
				地汚れ	○	○	○	○
実施例3	○	115	150	帯電量	-19	-18	-18	-18
				画像濃度	1.40	1.41	1.41	1.41
				地汚れ	○	○	○	○
実施例4	○	115	150	帯電量	-17	-17	-17	-17
				画像濃度	1.41	1.41	1.42	1.45
				地汚れ	○	○	○	○
実施例5	○	120	155	帯電量	-17	-18	-18	-15
				画像濃度	1.30	1.29	1.29	1.30
				地汚れ	○	○	○	△
比較例1	×	125	150	帯電量	-17	-16	-14	-12
				画像濃度	1.30	1.28	1.32	1.35
				地汚れ	○	○	△	×
比較例2	○	115	150	帯電量	-17	-16	-16	-14
				画像濃度	1.30	1.29	1.30	1.32
				地汚れ	○	○	△	△
比較例3	×	125	155	帯電量	-16	-15	-12	-11
				画像濃度	1.30	1.30	1.33	1.40
				地汚れ	○	△	×	×

【0104】表中の表示は次の通り。

*「帯電量」：μC/g

*「地汚れ評価」○：0.01未満、△：0.01～0.03未満、
×：0.03以上

【0105】以上の結果より、比較例1、比較例3のトナーはOHP透過性に劣り、同じポリエステル樹脂を用いた実施例1～実施例4のトナーより定着開始温度が高いことが判る。また、比較例1～比較例3のトナーを用いた現像剤は印刷耐久テストにおいて印刷初期と5万枚印刷時の画像濃度、帯電量の変動が見られ、地汚れの増加が確認された。さらに、比較例1、比較例3においては50K P（5万枚）印刷後のキャリア表面にはトナーのバインダー成分あるいはワックス成分が付着し、スペントキャリアの発生が認められ、また、すべての比較例においてマシン内部には感光体及び現像装置周辺部等にトナー飛散による汚れが観察された。また、トナー粒子をスライスしてその断面を顕微鏡で観察すると、バインダー樹脂中にポリプロピレンワックスが大きな粒子とし

て分散しているのが認められた。一方、実施例のトナーは、OHP透過性、低温定着性、耐オフセット性に優れ、50K Pの印刷においても帯電量が一定であり、均一の画像濃度による印刷を行うことができた。また、現像装置周辺にトナー飛散は認められなかった。さらに、トナー粒子をスライスして顕微鏡で観察するとワックスがトナー粒子中に微細に均一に分散しているのが観察された。

【0106】

【発明の効果】本発明によれば、定着性、耐オフセット性に優れ、かつ、連続印刷した際も安定な帯電挙動を示し、画像濃度の変動がない良好な画像が得られる長寿命の静電荷像現像用トナーを得ることができる。

【0107】また、本発明のトナーは透明性に優れ、幅広い温度領域で良好な定着・オフセット特性を示すため、オイルレスヒートロール定着方式のカラートナーとしても優れた特性を示す。

(16)

特開 2002-123034

フロントページの続き

(51)Int.Cl.	識別記号	F I	ターマコード (参考)	
// C 0 7 C	65/05	G 0 3 G	9/08	3 4 4
	65/21		9/10	3 6 1
				3 5 1
				3 5 2
				3 5 4

(72)発明者 中村 正延
埼玉県蕨市中央 1-17-30 ルネ蕨 1-
709

F ターム (参考) 2H005 AA01 AA06 AA21 BA06 CA02
CA03 CA04 CA08 CA11 CA12
CA14 CA21 CA25 DA01
4H006 AA03 AB78 AB91 BJ50 BN30
BP30

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record.**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☒ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☒ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER: _____**

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.